

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 130 737

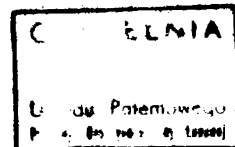
Patent dodatkowy
do patentu 127 559

Zgłoszono: 80 10 29 /P.227541/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 05 10

Opis patentowy opublikowano: 1985 08 30



Int. Cl.³ C07C 13/40

Twórcy wynalazku: Anna Krasuska, Wiesław Szelejowski, Jadwiga
Guberska, Józef Flakiewicz

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa
/Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA CIS-PINANU

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cis-pinanu. Jednym z ważniejszych zastosowań cis-pinanu jest użycie go do syntezy linalolu, cytralu i geraniolu.

Z patentu głównego nr 127 559 znany jest sposób uwodornienia α -pinenu do cis-pinanu. Reakcję uwodornienia α -pinenu prowadzi się w temperaturze 70-190°C pod zwiększonym ciśnieniem od 0,4 - 10,0 MPa wobec niklowego katalizatora osadzonego na ziemi krzemkowej lub krzemionce i kaolinie. Stosowany katalizator zawiera oprócz znanych związków chemicznych magnez w ilości 0,05 do 6% wagowych, ołów od 0,05 do 0,5% i bor 0,01 do 0,15% wagowych.

Według danych literaturowych ilość stosowanego katalizatora niklowego wynosi powyżej 15% niklu w stosunku do wyjściowego pinenu.

Niespodziewanie okazało się, że uwodornienie α -pinenu przebiega z wysoką wydajnością przy zastosowaniu katalizatorów w ilości poniżej 1% niklu w stosunku do użytego α -pinenu.

W sposóbie według wynalazku uwodornienie α -pinenu prowadzi się w temperaturze od 100 do 250°C pod zwiększonym ciśnieniem 0,15 do 2,0 MPa wobec katalizatorów niklowych w ilości od 0,01-0,9% wagowych korzystnie 0,06 - 0,25% wagowych osadzonych na ziemi krzemkowej lub krzemionce i kaolinie. Stosowane katalizatory zawierają oprócz znanych związków chemicznych magnez w ilości od 0,05 do 6% wagowych, ołów od 0,05 do 0,5% wagowych i bor od 0,01 do 0,15% wagowych.

P r z y k ł a d I. 500 g α -pinenu miesza się z 4 g niklowego katalizatora /zawierającego 30% niklu/ wprowadza się do reaktora i po ogrzaniu do temperatury 140°C pod ciśnieniem wodoru 1,0 MPa utrzymuje przez 4 godziny, po zakończonej reakcji opróżnia się reaktor w temperaturze pokojowej. Produkt otrzymany po odsączeniu katalizatora zawiera 97% cis-pinanu /wg analizy metodą chromatografii gazowej/.

P r z y k ł a d II. 500 g α -pinenu miesza się z 2 g katalizatora niklowego osadzonego na ziemi okrzemkowej /zawierającego 55% Ni/ ładuje do autoklawu i ogrzewa do temperatury 120°C i utrzymuje 2 godziny przy zastosowaniu ciśnienia 1,4 MPa. Po zakończeniu reakcji uwodornienia opróżnia się reaktor i odsąca katalizator. Uzyskany produkt wykazuje ok. 96% cis-pinanu.

P r z y k ł a d III. 500 g α -pinenu miesza się z 0,8 g niklowego katalizatora osadzonego na krzemionce i kaolinie /o zawartości 30% niklu/ i jak w przykładzie I i II/ magnezu poniżej 6%, ołowiu 0,05% i boru 0,01% wagowych/ zasysa się do reaktora i pod ciśnieniem 2,0 MPa ogrzewa do 100°C, a następnie do 250°C. Po 1 godzinie rozładuje się autoklaw i odsąca katalizator. Uzyskany produkt wykazuje ok. 98% cis-pinanu.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania cis-pinanu przez uwodornienie α -pinenu pod zwiększonym ciśnieniem i w podwyższonej temperaturze wobec katalizatora niklowego osadzonego na ziemi okrzemkowej lub krzemionce i kaolinie, zawierającego oprócz znanych dodatków magnez w ilości od 0,05-6% wagowych, ołowiu od 0,05-0,5% wagowych i boru od 0,01-0,15% wagowych wg patentu nr 127 559, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się katalizator w ilości od 0,01-0,9% wagowych w stosunku do α -pinenu, korzystnie 0,06-0,25% wagowych.